



# NOTE DE RECHERCHE

AVRIL 2016 • V.3, N°4.

## SYNTHÈSE ET INCORPORATION DE MICROSPHÈRES DE PMMA AVEC ABSORBEURS UV DANS UN REVÊTEMENT TRANSPARENT

**Résumé :** Augmenter la durabilité d'une finition permet d'augmenter la durée de vie du bois à l'extérieur. Celui-ci est sujet à des dégradations dues aux conditions climatiques et notamment au rayonnement ultra-violet (UV) du soleil. Dans cette étude, la stratégie mise en place repose sur l'amélioration de la durée de vie de l'absorbeur UV en le protégeant dans une microsphère de polymère. Des absorbeurs UV commerciaux seront encapsulés dans des microsphères de polyméthacrylate de méthyle par la méthode de séparation de phase interne. Les microsphères contenant les absorbeurs sont récupérées puis introduites dans une résine de finition transparente. L'efficacité de la finition est testée sur des panneaux de bois par suivi de la couleur du bois. L'étude met en valeur l'efficacité des formulations possédant des absorbeurs encapsulés.

**Applications potentielles et retombées industrielles :** La demande du marché pour des revêtements transparents est en augmentation pour des utilisations extérieures. Cependant, ce sont les plus fragiles au rayonnement par leur transparence. Face à l'ensemble des techniques développées, il n'existe pas à l'heure actuelle de système industrialisable capable de garantir un niveau de modification de la couleur du bois plus de cinq années acceptable par le client. La plupart des finitions claires perdent de l'efficacité avec l'exposition aux UV, généralement après deux ans. L'objectif général du projet est d'augmenter la durabilité des finitions transparentes en utilisant une libération progressive d'absorbeurs UV. L'intérêt pour l'industrie est de proposer un produit durable et de rendre compétitive l'utilisation du bois en extérieur pour l'industrie de la construction.

### INTRODUCTION

Le rayonnement UV peut initier des réactions chimiques dans les matériaux synthétiques et naturels. Pour le bois en extérieur, il en résulte une perte de couleur, un changement des propriétés chimiques et physiques, et donc, un changement de l'intégrité de la structure du bois en surface. La radiation UV est essentiellement responsable de la décoloration des pigments et colorants, du jaunissement, de la perte de brillance et de craquèlements. L'utilisation de finitions a pour but d'embellir, mais aussi de protéger le bois de la dégradation. Des stabilisateurs UV sont ajoutés aux revêtements appliqués sur la surface du bois pour réduire la dégradation photochimique. Les stabilisateurs UV utilisés dans l'industrie sont eux-mêmes sujets à des dégradations dans la finition en raison de leur nature organique. Ils sont alors lessivés par la pluie et deviennent inefficaces pour protéger la finition et le bois contre les radiations UV. Le projet a comme objectif général de développer un système de finition durable et transparent pour la protection contre les UV du revêtement et du bois et ainsi permettre le maintien des propriétés du produit dans le temps. La technique proposée est d'encapsuler des absorbeurs UV organiques dans des microsphères de polymères. Une libération progressive de l'absorbeur UV se fera alors au sein du revêtement à travers les pores des microsphères. De plus, l'encapsulation a aussi pour but de protéger les stabilisateurs UV jusqu'à leur sortie de la microsphère. Une fois ceux-ci libres dans la finition, ils pourront jouer leur rôle et servir d'écran de protection contre le rayonnement UV. Les microsphères ont pour but de servir de « réservoirs » et de libérer des absorbeurs UV de manière continue dans le temps afin de renouveler la protection.

### I. MATÉRIEL ET MÉTHODE

- Les absorbeurs d'UV Tinuvin 1130 et Tinuvin 292 ont été obtenus de BASF (Laval, Canada). Les produits chimiques polyméthacrylate de méthyle (PMMA) 15 000 g/mol, alcool polyvinylique (PVA) 89 000-98 000 g/mol, dichlorométhane, et sorbitane monooleate (Span 80), ont été obtenus de Sigma Aldrich. L'encapsulation des absorbeurs UV, a été réalisée à partir de la méthode de Loxley et Vincent<sup>1</sup>. La méthode de synthèse a été modifiée pour obtenir des microsphères de PMMA, de sorte que les absorbeurs UV soient répartis dans la matrice polymère. Dans la première étape, l'émulsion huile dans eau est le résultat du mélange de deux phases, aqueuse et organique. L'émulsion est réalisée avec un agitateur ultra turrax T 25 à 5000 rpm pendant 1 heure.
- Une poudre est obtenue après évaporation du dichlorométhane à température ambiante sous agitation constante. Elle est incorporée dans une résine transparente Acronal 4110 fournie par BASF (Laval, Canada). Différentes formulations sont réalisées à l'aide d'un mélangeur à haute vitesse. Celles-ci sont ensuite appliquées sur des planchettes de bois avec un applicateur de films. Deux couches de 50 µm sont déposées.
- Des planchettes d'épinette blanche (*Picea glauca* (Moench) Voss) ont été utilisées dans cette étude. Les pièces de bois ont été coupées (75 mm (L) x 50 mm (l) x 4 mm (e)) et sablées avec du P150. Les planchettes sont entreposées dans une chambre de vieillissement accéléré QUV jusqu'à 2000 h selon la méthode ASTM G154 : Cycle A : Longueur d'onde de 340 nm, température de 63 °C et taux d'humidité de 50 % pendant 102 minutes avec une énergie lumineuse de 0,35 W/m<sup>2</sup>. Cycle B : Longueur d'onde de 340 nm, température de 63 °C et taux

d'humidité de 0 % pendant 18 minutes et un cycle d'exposition UV de 108 minutes avec une énergie lumineuse de 0,35 W/m<sup>2</sup>.

- Des études préliminaires au microscope électronique en transmission (MET) et en diffusion dynamique de la lumière (DLS) ont été réalisées. Le suivi colorimétrique a été réalisé avec un colorimètre 45/0 de BYK-Gardner. La méthode de calcul CIELab a été utilisée. Les essais sont conformes à la méthode ASTM D 2244. Trois coordonnées chromatiques ont été mesurées ( $L^*$ ,  $a^*$  et  $b^*$ ) pour chaque échantillon. Ces trois paramètres sont suivis de manière indépendante pour déterminer la meilleure formulation. Le  $\Delta E^*$  est le changement de couleur total.

## II. RÉSULTATS ET DISCUSSION

- L'utilisation de la MET, révèle des entités de la taille du  $\mu\text{m}$  (Figure 1). La DLS sur des solutions de concentrations en microsphères de 0,2 g/L et 0,5 g/L donne une taille majoritaire de particules comprise entre 790 nm et 1180 nm. Cependant, la solution présente quelques gros agrégats.

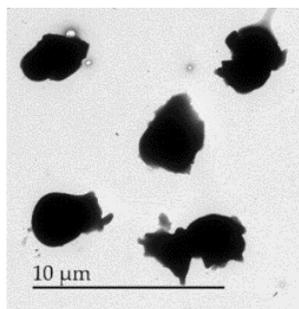


Figure 1. Observation des microsphères de PMMA au MET X1000

- Le suivi colorimétrique des planchettes permet l'étude de la dégradation du bois. Idéalement, un fini efficace devrait avoir le plus petit changement de couleur du bois possible. Pour pouvoir comparer les évolutions de couleur entre les différentes formulations, l'écart entre la valeur initiale et finale est calculé. La composante L (blanc au noir) est la plus sensible, du fait que le bois a tendance à noircir en vieillissant. La composante a (vert au rouge) est peu impactée par le changement de couleur. Le revêtement va plus se foncer ou jaunir.

- La comparaison des variations de coordonnées de la couleur désigne les finitions de Tinuvin 1130 encapsulé à 2 % en masse avec le Tinuvin 292 encapsulé à 1 % en masse et la finition de Tinuvin 1130 encapsulé à 3 % en

masse comme meilleures formulations (Figure 2). Plus l'écart pour la composante couleur (delta L, delta a, delta b) est grande moins la formulation sera efficace et performante. Le Tinuvin 292 est un HALS (*Hindered Amine Light Stabilizers*), il est ajouté au fini pour améliorer la protection anti-UV fournie par l'absorbeur UV (ici le Tinuvin 1130).

Ces formulations présentent une meilleure stabilité de couleur comparée à celle du composé non encapsulé. Les formulations avec l'ajout d'absorbeur inorganique (ZnO), sont moins efficaces. L'effet de la concentration en Tinuvin 1130 encapsulé est notable. La formulation encapsulée à 3 % en masse est plus efficace que celle à 2 % en masse et 1 % en masse.

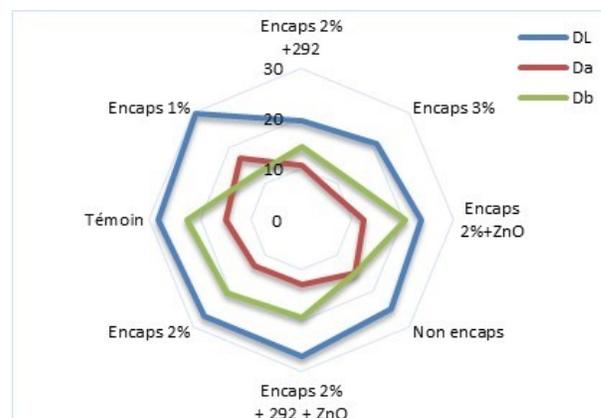


Figure 2. Écarts entre les valeurs finales et initiales pour les trois composantes de la couleur.

## III. CONCLUSIONS

- La méthode de synthèse utilisée produit des sphères de taille micrométrique contenant l'absorbeur UV pouvant être incorporées dans un revêtement.
- La concentration en absorbeur UV encapsulé, la présence de HALS et de ZnO joue un rôle sur la stabilité du fini.
- Les résultats de suivi colorimétrique démontrent le potentiel de l'utilisation de la microencapsulation dans le cadre de la protection anti-UV dans les finitions transparentes. L'encapsulation de composés fragiles comme les absorbeurs UV permet de les protéger, ainsi que de les libérer progressivement. Cette approche augmente la durabilité et la protection UV des finitions transparentes.

<sup>1</sup> Loxley, A. Vincent, B. (1998). Preparation of Poly(methylmethacrylate) Microcapsules with Liquid Cores. *Journal of Colloid and Interface Science*, 208: 49-62

Auteure: Caroline Queant M.Sc.,

Pour plus d'informations: Pierre Blanchet, professeur agrégé  
[Pierre.Blanchet@sbf.ulaval.ca](mailto:Pierre.Blanchet@sbf.ulaval.ca) ; (418) 656-7954

Centre de recherche sur les matériaux renouvelables, Pavillon Gene-H.-Kruger,  
 2425 rue de la Terrasse, Université Laval, Québec, Qc, Canada G1V 0A6  
<http://www.materiauxrenouvelables.ca>